

Rec'd PCT/PTC 08 OCT 2004

R E P U B L I Q U E F R A N C A I S E



PCT/FR03/00843

REC'D 11 AUG 2003

WIPO PCT

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 11 JUIN 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr

1er dépôt



25 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

## BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 540 W / 250399

|  |                      |   |         |
|--|----------------------|---|---------|
| REMISE DES BREVETS<br>DATE <b>12 AVRIL 2002</b><br>LIEU <b>75 INPI PARIS</b><br>N° D'ENREGISTREMENT <b>0204591</b><br>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI<br>DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI <b>12 AVR. 2002</b> |                      | Réservé à l'INPI<br>NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE<br>À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE<br><br>ATOFINA<br>DRDC / DPI - Attn : M. Pierre POISSON<br>4-8, cours Michelet - La Défense 10<br>F-92091 PARIS LA DEFENSE CEDEX |         |
| Vos références pour ce dossier<br>(facultatif) PP/vm - AM 18 60  |                      |   |         |
| Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie   |                      |   |         |
| <input checked="" type="checkbox"/> NATURE DE LA DEMANDE   |                      | Cochez l'une des 4 cases suivantes  |         |
| Demande de brevet  |                      | <input checked="" type="checkbox"/>   |         |
| Demande de certificat d'utilité  |                      | <input type="checkbox"/>  |         |
| Demande divisionnaire  |                      | <input type="checkbox"/>  |         |
| Demande de brevet initiale   |                      | N°  | Date    |
| ou demande de certificat d'utilité initiale  |                      | N°  | Date    |
| Transformation d'une demande de brevet européen  |                      | <input type="checkbox"/>  | Date    |
| Demande de brevet initiale   |                      | N°  | Date    |
| <input checked="" type="checkbox"/> TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)<br>Composition comprenant un mélange de mono- et polylactylactates d'alkyle.                                    |                      |   |         |
| <input checked="" type="checkbox"/> DÉCLARATION DE PRIORITÉ<br>OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE<br>LA DATE DE DÉPÔT D'UNE<br>DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE   |                      | Pays ou organisation<br>Date<br>N°<br>Pays ou organisation<br>Date<br>N°<br>Pays ou organisation<br>Date<br>N°<br><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»                            |         |
| <input checked="" type="checkbox"/> DEMANDEUR  |                      | <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»   |         |
| Nom ou dénomination sociale  |                      | ATOFINA   |         |
| Prénoms  |                      |   |         |
| Forme juridique  |                      | Société Anonyme   |         |
| N° SIREN   |                      | 3 . 1 . 9 . 6 . 3 . 2 . 7 . 9 . 0   |         |
| Code APE-NAF   |                      |   |         |
| Adresse  | Rue                  | 4-8, cours Michelet   |         |
|  | Code postal et ville | 92800   | PUTEAUX |
| Pays   |                      | FRANCE  |         |
| Nationalité  |                      | Française   |         |
| N° de téléphone (facultatif)   |                      | 01 49 00 80 68  |         |
| N° de télécopie (facultatif)   |                      | 01 49 00 80 87  |         |
| Adresse électronique (facultatif)  |                      | pierre.poisson@atofina.com  |         |

1er dépôt



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

|  |                      |  |
|--|----------------------|--|
| REMISE DES PIÈCES<br>DATE 12 AVRIL 2002<br>LIEU 75 INPI PARIS<br>N° D'ENREGISTREMENT 0204591<br>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI           |                      | Réservé à l'INPI   |
| Vos références pour ce dossier :<br><i>(facultatif)</i>  |                      | PP/vm - AM 186 0   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>MANDATAIRE</b>  |                      |  |
| Nom  |                      | POISSON  |
| Prénom   |                      | Pierre   |
| Cabinet ou Société   |                      | ATOFINA  |
| N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel  |                      | PG 10633   |
| Adresse  | Rue                  | DRDC / DPI<br>4-8, cours Michelet - La Défense 10  |
|  | Code postal et ville | 92091 PARIS LA DEFENSE CEDEX   |
| N° de téléphone <i>(facultatif)</i>  |                      | 01 49 00 80 68   |
| N° de télécopie <i>(facultatif)</i>  |                      | 01 49 00 80 87   |
| Adresse électronique <i>(facultatif)</i>   |                      | pierre.poisson@atofina.com   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>INVENTEUR (S)</b>   |                      |  |
| Les inventeurs sont les demandeurs   |                      | <input type="checkbox"/> Oui<br><input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>RAPPORT DE RECHERCHE</b>  |                      | Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)   |
| Établissement immédiat ou établissement différé  |                      | <input checked="" type="checkbox"/><br><input type="checkbox"/>  |
| Paiement échelonné de la redevance   |                      | Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques<br><input type="checkbox"/> Oui<br><input checked="" type="checkbox"/> Non   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>  |                      | Uniquement pour les personnes physiques<br><input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)<br><input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence): |
| Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes  |                      |  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b><br>(Nom et qualité du signataire)<br>Pierre POISSON |                      | <b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b><br>  |

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

## COMPOSITION COMPRENANT UN MELANGE DE MONO- ET POLYLACTYLLACTATES D'ALKYLE

-----

5 La présente invention concerne une composition oligomérique d'esters d'acide lactique comprenant un mélange de mono- et polylactyllactates d'alkyle de formule :



10 dans laquelle R représente un radical alkyle ayant un nombre d'atomes de carbones allant de 1 à 4 et n est un nombre entier égal à 2,3 ou 4.

L'invention concerne tout particulièrement une composition de mono- et polylactyllactates d'éthyle.

15 Cette composition peut être utilisée seule ou en combinaison avec d'autres solvants, notamment, comme agents de nettoyage et de dégraissage en machine et en milieu non aqueux de surfaces solides telles que les pièces métalliques, les céramiques, le verre, les matières plastiques ayant été souillées par des huiles ou des graisses d'usinage et/ou de leur protection temporaire.  
20 Elles peuvent également être utilisées pour le défluxage des circuits imprimés. Cette opération de défluxage consistant à éliminer le flux de soudure.

Outre le pouvoir solvant, les agents de nettoyage et/ou de dégraissage doivent posséder d'autres caractéristiques telles que notamment avoir un point d'éclair élevé, une faible toxicité, être inodore et ne pas libérer dans  
25 l'atmosphère des composés organiques volatils (COV).

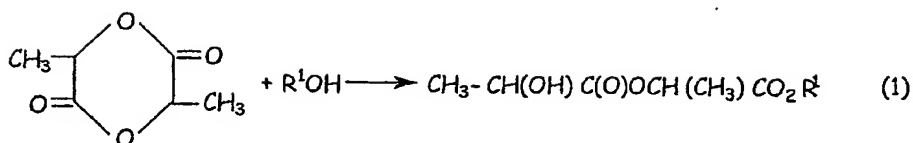
La composition de la présente invention répond globalement aux critères précédemment mentionnés.

Notamment, elle n'a pas d'odeur, elle possède un point d'éclair élevé (>100°C), une température d'ébullition élevée et une tension de vapeur faible. En  
30 outre, elle est biodégradable et non toxique.

La composition de la présente invention peut être également utilisée pour l'obtention de lactides -dimères cycliques - qui sont des précurseurs de choix pour l'obtention de polylactides utilisés comme biomatériaux.

A notre connaissance, l'obtention d'une composition de la présente  
35 invention n'a pas été décrite dans l'art antérieur.

H.V. Claborn (US 2,371,281) décrit un procédé d'obtention de lactyllactate d'alkyle en faisant réagir le lactide (3,6-diméthyl-1,4-dioxane-2,5-dione) avec un alcool R<sup>1</sup>OH selon la réaction :



Ainsi, il obtient avec un rendement de 82 %, le lactyllactate d'éthyle en faisant réagir 0,5 mole de lactide sec avec un excès d'alcool éthylique anhydre, en présence d'acide benzène sulfonique comme catalyseur, à 70°C pendant 6 heures 30 minutes. Après élimination de l'excès d'alcool, le milieu réactionnel est

5 soumis à une distillation fractionnée sous pression réduite. La fraction principale (78 g) identifiée comme étant le lactyllactate d'éthyle est un liquide légèrement visqueux, incolore et inodore qui distille à 110°C - 113°C sous 7,5 mmHg.

C.E. Rehberg et M.B. Dixon (Journal. Amer. Chem. Soc., 74, page 1609, 10 1952) qui donnent les propriétés physiques de plusieurs lactyllactates d'alkyle (méthyle, éthyle n-propyle, n-butyle, n-hexyle, n-octyle) mentionnent que ces composés peuvent être obtenus selon la méthode de H.V. Claborn mentionnée précédemment (US 2,371,281) ou bien que ces composés sont sous-produits dans la préparation de simples lactates d'alkyle au stade laboratoire, la conversion en

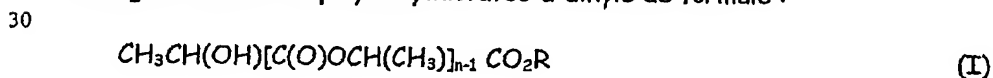
15 lactyllactate d'alkyle étant habituellement de l'ordre de 5 % à 20 % dépend du rapport alcool / acide lactique utilisé lors de l'estérification dudit acide lactique.

Ces mêmes auteurs signalent également (Jour. Amer. Chem. Soc. ; 72, page 5759, 1950) que ces lactyllactates d'alkyle peuvent être obtenus par trans-estérification de lactate d'alkyle en présence d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

20 Toutes ces méthodes permettent d'obtenir un lactyllactate d'alkyle (formule I, n=2) selon des méthodes de laboratoire qui consistent à extraire ledit lactyllactate d'alkyle par distillation (fractionnée) sous de faibles pressions de milieux réactionnels divers.

Cette façon d'opérer est difficilement transposable au stade industriel 25 du fait des faibles pressions nécessaires pour obtenir lesdits lactyllactates d'alkyle et l'utilisation de pressions plus élevées risquerait d'entraîner des décompositions et/ou des réactions secondaires.

La présente invention a donc pour objet une composition comprenant un mélange de mono- et polylactyllactates d'alkyle de formule :



dans laquelle R représente un radical alkyle ayant un nombre d'atomes de carbone allant de 1 à 4 et n est un nombre entier égal à 2, 3 ou 4.

De préférence, le radical alkyle est un radical méthyle éthyle, propyle, isopropyle ou n-butyle. Tout particulièrement, le radical alkyle est un radical éthyle.

La composition selon l'invention peut comprendre de :

- 5 - 35 à 85 parties en poids de lactyllactate d'alkyle ( $n=2$  dans la formule (I)), ci-après  $L_2A$  ;  
- 10 à 60 parties en poids de dilactyl-lactate d'alkyle ( $n=3$  dans la formule (I)), ci-après  $L_3A$  ; et de  
- 1 à 20 parties en poids de trilactyl-lactate d'alkyle ( $n=4$  dans la formule (I)),  
10 ci-après  $L_4A$  ;  
 $L_2A + L_3A + L_4A$  représentant 100 parties en poids.

La composition selon l'invention peut en outre contenir un lactate d'alkyle de formule  $CH_3CH(OH)CO_2R$  (II) dans laquelle R a la même signification que dans la formule (I), à raison notamment de 0,1 à 1 partie en poids pour 100  
15 parties en poids du mélange  $L_2A + L_3A + L_4A$ .

Elle peut également comprendre des oligomères de masses moléculaires supérieures, c'est-à-dire des poly lactyllactates d'alkyle dans lesquels  $n > 4$  à raison, notamment, de 0,1 à 4 parties en poids pour 100 parties en poids du mélange  $L_2A + L_3A + L_4A$ .

20 La composition de la présente invention peut être obtenue par estérification à conversion totale d'une solution d'acide lactique commerciale préalablement concentrée, ladite conversion totale étant obtenue en éliminant l'eau formée par distillation azeotropique.

A titre d'illustration de solutions d'acide lactique commercial utilisables  
25 selon la présente invention, on citera les solutions du commerce à 50 %, 80 %, 88 % ou 90 % de matière sèche étant entendu que de telles solutions sont en fait des mélanges d'eau, de monomère, de dimère et d'oligomères d'acide lactique.

La concentration des solutions d'acide lactique commerciales peut être réalisée par simple évaporation en une ou plusieurs étapes, à une température  
30 allant de 100°C à 170°C, à pression atmosphérique ou sous pression réduite et ce, jusqu'à obtenir une composition d'acide lactique ayant une teneur en acide lactique totale - LAT - désirée. Le LAT correspond à la masse d'acide lactique monomère contenu dans 100 g de la composition d'acide lactique.

Cette masse est déterminée après saponification à poids déterminé (0,1  
35 à 0,3 g) de la composition oligomérique. Après neutralisation du mélange réactionnel, celui-ci est analysé par la technique de chromatographie liquide haute performance (CLHP) avec détection réfractométrique. Cette analyse peut se faire sur une colonne échangeuse de cations de type "SHODEX SH 1011" en

utilisant de l'acide sulfurique N/100 comme éluant. Cette technique permet de déterminer la masse d'acide lactique monomère contenue dans l'échantillon testé et par simple calcul, le LAT.

La réaction de concentration est suivie par mesure du poids d'eau éliminée et par la quantité d'eau dans le concentrat déterminée par la méthode de dosage de l'eau Karl Fisher.

L'estérification s'effectue de façon classique en présence d'un catalyseur acide choisi en particulier dans le groupe comprenant l'acide sulfurique, l'acide phosphorique, l'acide para-toluène sulfonique, l'acide méthane sulfonique ainsi que les résines acides tels que par exemple l'Amberlyst A15.

L'élimination de l'eau est effectuée par distillation azéotropique. A titre d'illustration d'entraîneurs azéotropiques utilisables selon la présente invention, on citera le cyclohexane, le toluène.

De préférence, on utilisera le cyclohexane.

L'estérification à conversion totale de la solution d'acide lactique concentrée s'effectue à des températures comprises entre 70°C et 100°C à pression atmosphérique et avec un rapport molaire alcool / acide lactique allant de 1,3 à 2.

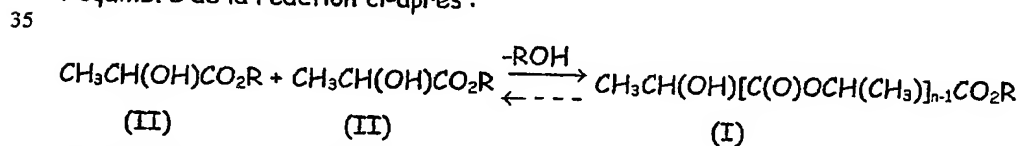
La réaction terminée, le milieu réactionnel est soumis à un traitement basique en vue de neutraliser le catalyseur acide.

De préférence, on effectue ce traitement sur un lit de résine basique tel que sur résine Amberlyst A21, lequel lit de résine est lavé avec un solvant tel qu'un lactate d'alkyle.

On concentre ensuite par distillation sous pression réduite de façon à éliminer la totalité du lactate d'alkyle provenant d'une part de la réaction d'estérification et, d'autre part, du lavage de la résine.

Les produits de la composition selon l'invention ont été identifiés par chromatographie en phase gazeuse (CPG) couplée à un spectromètre de masse.

La composition de l'invention peut être également obtenue à partir d'un lactate d'alkyle de formule (II) par transestérification en présence d'un catalyseur choisi parmi les orthotitanates d'alkyle tels que l'orthotitanate d'éthyle, l'acétylacétonate de zirconium, le tributylétain, les bases fortes tels que KOH, NaOH, les hydroxydes d'ammonium quaternaires. Afin de déplacer l'équilibre de la réaction ci-après :



on élimine l'alcool coproduit.

Le milieu réactionnel est traité de façon connue afin d'éliminer le catalyseur utilisé. Le milieu réactionnel est ensuite concentré sous pression réduite de façon à éliminer le lactate d'alkyle non transformé.

La composition de la présente invention est un liquide incolore, sans odeur, ayant un point d'éclair supérieur à 100°C.

Elle peut être utilisée seule ou en combinaison avec d'autres solvants, comme agent de nettoyage et/ou dégraissage notamment de pièces métalliques.

Les exemples qui suivent illustrent l'invention.

### EXEMPLES

- 10 Préparation d'une composition de mono- et polylactyl lactate d'éthyle par estérification à conversion totale d'un acide lactique préalablement concentré.

Obtention d'un acide lactique concentré.

#### Réactif utilisé :

- 15 On utilise une composition d'acide lactique commercial présentant une teneur d'acide lactique totale -LAT - de 88,7 et une teneur en eau libre de 13,3 %.

Le LAT correspond à la masse d'acide lactique monomère contenue dans 100 g de la composition d'acide lactique.

- 20 Le LAT est déterminé comme décrit précédemment.

#### Mode opératoire :

- L'acide lactique commercial est concentré jusqu'à l'obtention d'un LAT souhaité. Pour ce faire, on introduit dans un évaporateur rotatif la composition commerciale d'acide lactique à concentrer puis on élimine l'eau sous 100 mbar à 25 une température allant de 60°C à 130°C. La réaction est suivie par la mesure de la quantité d'eau éliminée et par le pourcentage d'eau dans le concentrat déterminé par la méthode Karl Fisher.

Le LAT est mesuré comme décrit précédemment.

#### Exemple 1 :

- 30 Dans un réacteur de 250 ml, muni d'un système de chauffage thermostaté, d'une mesure de température, et relié à une colonne à distiller adiabatique de 10 plateaux théoriques reliée à une tête de colonne à reflux variable, on introduit :
- 100 g d'acide lactique concentré obtenu selon le mode opératoire
  - 35 précédemment décrit et présentant un LAT de 101,6 et une teneur pondérale en eau libre égale à 8 % ;
  - 75 g d'éthanol,
  - 75 g de cyclohexane,



- 0,3 g d'acide sulfurique à 96 %.

Les condensats en tête de colonne sont renvoyés en partie dans la colonne à distiller, en partie vers un décanteur. La phase légère de décantation est recyclée vers le bouilleur, la phase lourde est éliminée.

- 5 On porte le taux de reflux de façon à distiller l'azéotrope ternaire cyclohexane / éthanol / eau (75,5 % / 19,7 % / 4,8 %) dont le point d'ébullition est de 61,2 °C. On veillera tout le long de la réaction à ne pas dépasser cette température en tête de colonne de plus de 0,3 à 0,4°C. Pour cela, le taux de reflux sera ajusté au cours du déroulement de la manipulation.

- 10 On élimine 123 g de phase aqueuse à 18 % d'eau. Pour compenser la perte en éthanol dans la phase lourde, durant la réaction, on introduit, à l'aide d'une pompe, dans le bouilleur peu à peu 80 g d'éthanol.

La réaction est suivie par dosage sur des prélèvements successifs du bouilleur :

- 15 - dosage d'eau par la méthode de Karl Fischer,  
- dosage de l'acidité dans le bouilleur.

La réaction dure 3h30 environ.

Le critère de fin de réaction est le suivant : %  $H^+$  (exprimé en acide lactique) < 0,5 %.

- 20 On refroidit le milieu et on traite le mélange réactionnel par 10 g d'une résine basique forte du type Amberlyst n° A21 que l'on rince par 10 g de lactate d'éthyle.

Puis on concentre le milieu à l'évaporateur rotatif et on élimine le lactate d'éthyle par distillation sous pression réduite (10 mbar) sur la colonne déjà décrite. Le critère de fin de distillation est la température du bouilleur inférieure ou égale à 120°C. On distille 74,2 g de lactate d'éthyle. On récupère dans le bouilleur 59 g d'un liquide composé de :

- 25 - 44,25 g de lactyllactate d'éthyle  $L_2E$ ,  
- 12,98 g de dilactyl-lactate d'éthyle  $L_3E$ ,  
30 - 1,475 g de trilactyl-lactate d'éthyle  $L_4E$  et  
- 0,295 g de lactate d'éthyle (LE)  
- %  $H^+$  = 0,03 % (exprimé en acide lactique).  
- Point d'éclair : 103°C.

La composition en lactate d'éthyle oligomère est déterminée par CPG.

- 35 - Chromatographe : HP 5890  
- Colonne CP WAX 52 (50 m\*0,53/2 $\mu$ m)  
- Gaz vecteur : Hélium 6 ml/min  
- Injecteur : 200°C

- Détecteur : 280°C  $\mu$ TCD
  - Programme Four : 50°C pendant 3 min
  - Rampe : 15°C / min jusqu'à 240°C
  - Palier final : 240°C pendant 15 min
- 5 - Temps de rétention :
- L<sub>1</sub>E : 11,25 min
  - L<sub>2</sub>E : 15,2 min
  - L<sub>3</sub>E : 21,1 min
  - L<sub>4</sub>E : 26,7 min
- 10 Les produits ont été identifiés par chromatographie couplée à un spectromètre de masse.

#### EXEMPLE 2

Même réaction mais on charge 100 g d'acide lactique concentré ayant un LAT de 107,4 % et titrant 3 % d'eau libre, dosée par la méthode de Karl Fischer.

- 15 On élimine 85 g de phase lourde.

On compense la perte d'éthanol par un ajout progressif d'éthanol de 60 g d'éthanol. Après traitement par la résine Amberlyst A15 et distillation du lactate d'éthyle (31 g), on obtient 96 g d'un liquide incolore composé de :

- 20
- 38,016 g de L<sub>2</sub>E,
  - 43,20 g de L<sub>3</sub>E,
  - 14,40 g de L<sub>4</sub>E et
  - 0,384 g de lactate d'éthyle.
  - -% H<sup>+</sup> = 0,03 % (exprimé en acide lactique).

#### EXEMPLE 3

- 25 Idem Exemple 1 mais on remplace l'acide sulfurique par 6 g d'Amberlyst A15. La durée de la réaction est de 4 heures.

Préparation d'une composition de mono- et polylactyllactate d'éthyle par transestérification :

- 30 On charge dans un réacteur de 300 ml muni d'une colonne de Vigreux, 100 g de lactate d'éthyle commercial et 5 g d'orthotitanate d'éthyle (Ti(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>).

On porte au reflux sous pression atmosphérique et on distille peu à peu l'éthanol libéré, soit 17,3 g en 3 heures.

- 35 On laisse refroidir le mélange réactionnel, et on traite par de l'eau distillée : l'orthotitanate précipite sous forme d'un solide fin que l'on élimine par centrifugation. Puis on distille l'éthanol restant puis le lactate d'éthyle non transformé (sous 10 mbar). On obtient dans le bouilleur 37 g d'un liquide incolore composé de :

- 29,97 g de L<sub>2</sub>E,
  - 6,475 g de L<sub>3</sub>E,
  - 0,37 g de L<sub>4</sub>E et
  - 0,185 g de lactate d'éthyle.
- 5 - -% H<sup>+</sup> = non dosable.

Evaluation d'une composition selon la présente invention comme agent de nettoyage et de dégraissage :

On réalise le mélange ci-après constitué de :

- 50 g de butoxypropionate de n-butyle,
- 10 - 50 g de la composition de mono- et polylactyllactate d'éthyle de l'Exemple 1.

On détermine l'efficacité dudit mélange pour enlever 90 % d'une salissure répartie sur une toile métallique à mailles carrées (8 mailles par cm) 5 x 5 cm de chez WEBER en forme de cylindre de diamètre 20 mm, les deux bords de la génératrice étant distants de 0,5 mm.

15 Mode opératoire :

La toile métallique est nettoyée au chlorure de méthylène avec les précautions associées au chlorure de méthylène. La grille est rincée avec le solvant à évaluer puis est pesée et enfin séchée. A l'aide d'une brosse, on répartit environ 2 g d'une salissure (pesée précisément) constituée, en poids,

20 de :

- 28,5 % d'huile moteur PLANETELF ACD 32,
  - 28,5 % d'huile de pompe OLEOFLUX CPO AC,
  - 14,3 % de graisse équateur rose,
  - 14,3 % de sable de Fontainebleau,
- 25 - 14,4 % de poudre de charbon.

La grille est alors plongée dans 50 ml de mélange à évaluer sous agitation (500 tr/min). Dans le même temps, un chronomètre est déclenché.

La grille est relevée à 1, 3, 5, 7'30, 10, 12'30, 15 min puis est pesée au temps (t) sans arrêter le chronomètre (durée de cette manipulation environ 20

30 secondes).

Ces mesures sont poursuivies de 5 min en 5 min jusqu'à l'obtention d'une efficacité égale ou supérieure à 90 %, c'est-à-dire lorsque 90 % de la salissure a été enlevée (temps d'efficacité : 90 %).

Avec le mélange précédemment décrit, le temps d'efficacité 90 % est

35 de 45 min.

A titre comparatif, le temps d'efficacité 90 % du butoxy-propionate de n-butyle seul (point d'éclair égal à environ 40°C) est de 40 min.

REVENDEICATIONS

1. Composition comprenant un mélange de mono- et polylactyllactates d'alkyle de formule :
- 5 
$$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})[\text{C}(\text{O})\text{OCH}(\text{CH}_3)]_{n-1}\text{CO}_2\text{R} \quad (\text{I})$$
- dans laquelle R représente un radical alkyle ayant un nombre d'atomes de carbones allant de 1 à 4 et n est un nombre entier égal à 2,3 ou 4.
- 10 2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le radical alkyle est un radical méthyle, éthyle, isopropyle ou n-butyle.
3. Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que le radical alkyle est un radical éthyle.
- 15 4. Composition selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce qu'elle comprend :
- 35 à 85 parties en poids de lactyllactate d'alkyle (n=2 dans la formule (I)), ci-après L<sub>2</sub>A ;
  - 20 - 10 à 60 parties en poids de dilactyl-lactate d'alkyle (n=3 dans la formule (I)), ci-après L<sub>3</sub>A ; et de
  - 1 à 20 parties en poids de trilactyl-lactate d'alkyle (n=4 dans la formule (I)), ci-après L<sub>4</sub>A ;
- L<sub>2</sub>A + L<sub>3</sub>A + L<sub>4</sub>A représentant 100 parties en poids.
- 25 5. Composition selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce qu'elle contient en outre un lactate d'alkyle de formule  $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CO}_2\text{R}$  (II) dans laquelle R a la même signification que dans la formule (I), à raison de 0,1 à 1 partie en poids pour 100 parties en poids du mélange L<sub>2</sub>A + L<sub>3</sub>A + L<sub>4</sub>A.
- 30 6. Composition selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce qu'elle contient en outre des polylactyllactates d'alkyle (I) dans lesquels n est supérieur à 4, à raison de 0,1 à 4 parties en poids pour 100 parties en poids du mélange L<sub>2</sub>A + L<sub>3</sub>A + L<sub>4</sub>A.
- 35

7. Utilisation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 comme agent de nettoyage et/ou dégraissage de pièces métalliques.
- 5 8. Utilisation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, contenant en outre, au moins un solvant comme agent de nettoyage et/ou dégraissage de pièces métalliques.
- 10 9. Utilisation selon la revendication 8, caractérisée en ce que le solvant est le butoxypropionate de n-butyle.

reçue le 02/05/02



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

## BREVET D'INVENTION

### CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235\*02

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

09 113 W / 260359

|   |                      |                        |              |
|---|----------------------|------------------------|--------------|
| Vos références pour ce dossier<br>(facultatif)  |                      | PP/vm - AM 18 60       |              |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL  |                      | 0206591                |              |
| TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)<br>Composition comprenant un mélange de mono- et polylactyllactates d'alkyle.  |                      |                        |              |
| LE(S) DEMANDEUR(S) :<br><br>ATOFINA<br>4-8, cours Michelet<br>F-92800 PUTEAUX<br>FRANCE   |                      |                        |              |
| DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). |                      |                        |              |
| Nom   |                      | TEISSIER               |              |
| Prénoms   |                      | Rémy                   |              |
| Adresse   | Rue                  | 5 impasse des Bruyères |              |
|   | Code postal et ville | 69340                  | FRANCHEVILLE |
| Société d'appartenance (facultatif)   |                      | ATOFINA                |              |
| Nom   |                      |                        |              |
| Prénoms   |                      |                        |              |
| Adresse   | Rue                  |                        |              |
|   | Code postal et ville |                        |              |
| Société d'appartenance (facultatif)   |                      |                        |              |
| Nom   |                      |                        |              |
| Prénoms   |                      |                        |              |
| Adresse   | Rue                  |                        |              |
|   | Code postal et ville |                        |              |
| Société d'appartenance (facultatif)   |                      |                        |              |
| DATE ET SIGNATURE(S)<br>DU (DES) DEMANDEUR(S)<br>OU DU MANDATAIRE<br>(Nom et qualité du signataire)<br>Pierre POISSON<br>Le vendredi 12 avril 2002  |                      |                        |              |

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**